

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 79103356.6

22 Anmeldetag: 07.09.79

51 Int. Cl.³: **C 09 B 31/04, C 09 B 43/18,**
C 07 C 107/00, D 06 P 3/48,
D 06 P 3/54

30 Priorität: 15.09.78 DE 2840199

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 02.04.80
Patentblatt 80/7

84 Benannte Vertragsstaaten: BE CH DE FR GB IT

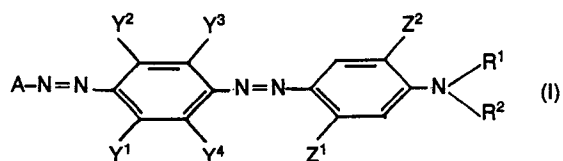
71 Anmelder: **CASELLA Aktiengesellschaft, Hanauer Landstrasse 526, D-6000 Frankfurt am Main 61 (DE)**

72 Erfinder: **Bühler, Ulrich, Dr., Nidderauer Strasse 13, D-6369 Schöneck 1 (DE)**
Erfinder: **Heinrich, Ernst, Dr., Ernst-Reuter-Strasse 23, D-6078 Neu-Isenburg (DE)**
Erfinder: **Ribka, Joachim, Dr., Rügener Strasse 4, D-6050 Offenbach/Main (DE)**
Erfinder: **Tappe, Horst, Dr., Ringstrasse 9, D-6057 Dietzenbach (DE)**
Erfinder: **Kosubek, Uwe, Am Vogelanger 28, D-6087 Büttelborn 2/Klein Gerau (DE)**
Erfinder: **Löwenfeld, Rudolf, Dr., Quellenweg 2, D-6072 Dreieich (DE)**

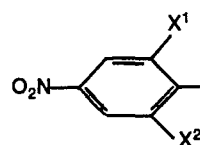
74 Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr. et al, Hanauer Landstrasse 526, D-6000 Frankfurt am Main 61 (DE)**

64 **Wasserunlösliche Disazofarbstoffe, ihre Herstellung und Verwendung.**

67 Wasserunlösliche Disazofarbstoffe der Formel I



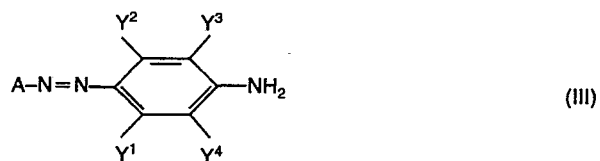
worin A einen Phenylrest der Formel II



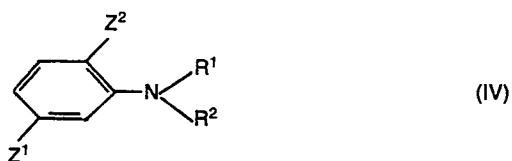
worin X¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom, Nitro oder Cyan; X² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor oder Brom bedeuten; Y¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen oder

Chlor; Y² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y³ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor bedeuten, wobei mindestens einer und höchstens drei der Substituenten Y¹ bis Y⁴ Wasserstoff sind und, sofern X¹ eine Nitro- oder Cyangruppe ist und Y² und Y⁴ beide für Wasserstoff stehen, Y¹ auch noch Alkanoylamino mit insgesamt 1 bis 3 C-Atomen im Alkanoylrest bedeutet; Z¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkanoylamino mit insgesamt 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom oder Alkylaminocarbonylamino mit 1 bis 3 C-Atomen im Alkylrest; Z² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom oder Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen; R¹ Dihydroxypropyl, Dihydroxybutyl oder eine durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkanoyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkylaminocarbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe, Hydroxyäthoxy, Alkoxyäthoxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe, Phenoxyäthoxy, Alkoxy-carbonyl mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe oder Dialkylamino mit insgesamt 2-4 C-Atomen in den Alkylgruppen oder durch 2 Alkoxy-carbonylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe substituierte Alkylgruppe mit 1 bis 4 C-Atomen; R² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkenyl mit 3 oder 4 C-Atomen oder eine durch Hydroxyäthoxy, Alkoxyäthoxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxy-

gruppe, Phenoxyäthoxy, Phenoxy, Phenyl, Alkylamino-carbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe oder Alkoxy-carbonyl mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe substituierte Äthylgruppe bedeuten, werden z.B. dadurch hergestellt, daß eine Aminoazoverbindung der Formel III



diazotiert und die erhaltene Diazoniumverbindung auf ein Anilinderivat der Formel IV

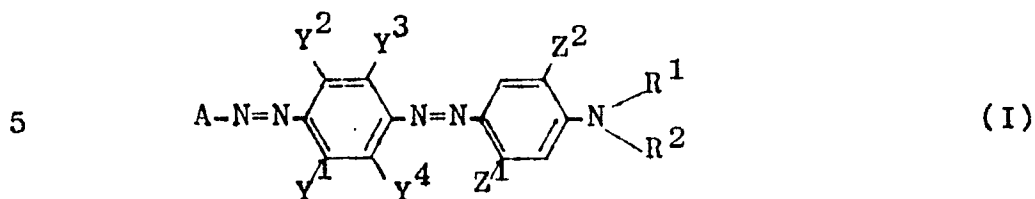


gekuppelt wird. Die Farbstoffe werden zum Färben und Bedrucken von Materialien aus hochmolekularen Polyester oder Mischungen dieser Materialien mit natürlichen Materialien oder aus Zellulosetriacetat verwendet.

Ref. 3128

Wasserunlösliche Disazofarbstoffe, ihre Herstellung und
Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft wasserunlösliche Dis-
azofarbstoffe der Formel I



worin A einen Phenylrest der Formel II



- worin X¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom, Nitro oder Cyan; X² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis
 10 3 C-Atomen, Chlor oder Brom bedeuten; Y¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y³ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y⁴ Wasserstoff,
 15 Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor bedeuten, wobei mindestens einer und höchstens drei der Substituenten Y¹ bis Y⁴ Wasserstoff sind und, sofern X¹ eine Nitro- oder Cyangruppe ist und Y² und Y⁴ beide für Wasserstoff stehen, Y¹ auch noch Alkanoylamino mit insgesamt 1 bis
 20 3 C-Atomen im Alkanoylrest bedeutet; Z¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen,

- Alkanoylamino mit insgesamt 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom oder Alkylaminocarbonylamino mit 1 bis 3 C-Atomen im Alkylrest; Z^2 Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom oder Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen; R^1
- 5 Dihydroxypropyl, Dihydroxybutyl oder eine durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkanoyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkylaminocarbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe, Hydroxyäthoxy, Alkoxyäthoxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe, Phenoxyäthoxy, Alkoxycarbonyl
- 10 mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe oder Dialkylamino mit insgesamt 2-4 C-Atomen in den Alkylgruppen oder durch 2 Alkoxycarbonylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe substituierte Alkylgruppe mit 1 bis 4 C-Atomen; R^2 Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
- 15 Alkenyl mit 3 oder 4 C-Atomen oder eine durch Hydroxyäthoxy, Alkoxyäthoxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe, Phenoxyäthoxy, Phenoxy, Phenyl, Alkylaminocarbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe oder Alkoxycarbonyl mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe
- 20 substituierte Äthylgruppe bedeuten.

Wasserunlösliche Disazofarbstoffe, die zum Färben und Bedrucken von Textilmaterialien aus hydrophoben Fasern verwendet werden können, sind aus zahlreichen Druckschriften bekannt. Vorzugsweise wurden derartige Farbstoffe zur Einstellung grauer und graublauer Nuancen eingesetzt.

25

Diese bekannten Farbstoffe haben jedoch technische Nachteile, die ihren Einsatz beschränken, wobei vor allem ihr unzureichendes Ziehvermögen aber auch ihre nicht befriedigende Licht- und Trockenhitze-fixierbarkeit zu nennen ist. Insbesondere das unzureichende Ziehvermögen ist ein technischer Nachteil, der den Einsatz der bekannten Farbstoffe zur Herstellung tief gefärbter marineblauer und schwarzer Färbungen und Drucke erschwert bzw. unmöglich macht. Zur Überwindung dieser Schwierigkeit ist daher bereits vorgeschlagen worden und bekannt,

30
35

Mischungen von wasserunlöslichen Disazofarbstoffen beim Herstellen tiefgefärbter Blau- und Blaugrautöne zu verwenden.

- Dieses Verfahren ergibt zwar eine merkliche Verbesserung des Farbaufbaus und der erreichbaren Farbtiefe, bringt jedoch erhebliche Schwierigkeiten beim Färben nach modernem Kontinuumverfahren mit sich, die auf die unterschiedliche Aufziehgeschwindigkeit der einzelnen Komponenten der Farbstoffmischungen zurückzuführen sind.
- 10 Im Hinblick auf die gravierenden technischen Nachteile der bekannten wasserunlöslichen Disazofarbstoffe war es nicht vorherzusehen und daher höchst überraschend, daß die Farbstoffe der vorliegenden Erfindung die Nachteile der bekannten Farbstoffe nicht aufweisen und ein erheblich verbessertes Aufziehvermögen sowie sehr gute Echtheitseigenschaften, insbesondere sehr gute Licht- und Trockenhitze-fixierbarkeit haben.

- In obigen Definitionen genannte Alkylgruppen mit 1 - 4 C-Atomen sind Methyl, Äthyl, Propyl und Isopropyl; Alkylgruppen mit 4 Kohlenstoffatomen sind Butyl-(1), Butyl-(2), 2-Methyl-propyl-(1) und 2-Methyl-propyl-(2).

In obigen Definitionen genannte Alkoxygruppen mit 1 - 3 Kohlenstoffatomen sind Methoxy, Äthoxy, Propoxy und Isopropoxy.

- 25 Obengenannte Alkenylgruppen mit 3 oder 4 Kohlenstoffatomen sind Propen-2-yl-(1), Propen-1-yl-(1), Buten-2-yl-(1), Buten-3-yl-(1), Buten-2-yl-(2), Buten-3-yl-(2) und 2-Methyl-propen-2-yl-(1).

- Alkanoylaminogruppen mit 1 - 3 Kohlenstoffatomen im Alkanoylrest sind Formylamino, Acetylamino, Propionylamino.

Die Acylreste der Alkanoyloxygruppen mit 1 bis 4 C-Atomen, die als Substituenten der für R^1 stehenden Alkylgruppe in Betracht kommen, sind Formyl, Acetyl, Propionyl, Butyryl, Isobutyryl.

5 Alkylaminocarboyloxygruppen mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe haben die Formel $-O-CO-NH-R^3$, wobei R^3 für Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Isobutyl, sec. Butyl oder tert. Butyl steht.

10 Alkoxycarbonylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe sind Methoxycarbonyl, Äthoxycarbonyl, Propoxycarbonyl, Isopropoxycarbonyl, Butoxycarbonyl, Isobutoxycarbonyl, sec. Butoxycarbonyl und tert. Butoxycarbonyl.

Dialkylaminogruppen mit insgesamt 2 bis 4 C-Atomen, die 15 als Substituenten der für R^1 stehenden Alkylgruppen in Betracht kommen, sind Dimethylamino, Diäthylamino, Methyläthylamino und Methylpropylamino.

Bevorzugt im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften sind solche erfindungsgemäße Farbstoffe der Formel I, in denen für X^1 , X^2 , Y^1 , Y^2 , Y^3 und Y^4 stehende Alkylgruppen Methylgruppen und für Y^1 und Y^3 stehende Alkoxygruppen Methoxygruppen sind.

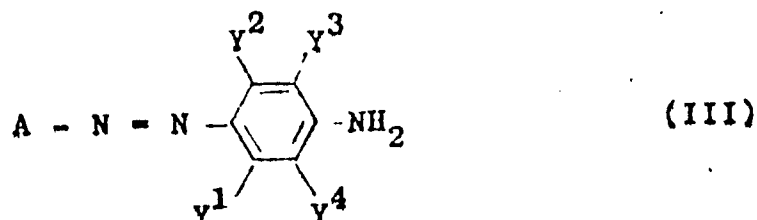
Eine weitere bevorzugte Gruppe von Farbstoffen der Formel I sind solche, in denen A 4-Nitrophenyl, 2,4 Dinitrophenyl, 25 2-Methyl-4-nitrophenyl, 2-Cyan-4-nitrophenyl, 2,6-Dichlor-4-nitrophenyl oder 2,6-Dibrom-4-nitrophenyl bedeutet,

Im Hinblick auf vorteilhafte anwendungstechnische Eigenschaften bevorzugt sind auch solche erfindungsgemäße Farbstoffe der Formel I, in denen Y^1 und Y^3 Methoxy, Methyl 30 oder Chlor und Y^2 und Y^4 Wasserstoff bedeuten und solche, in denen Y^1 und Y^2 Wasserstoff und Y^3 und Y^4 Methyl oder Chlor bedeuten und solche, in denen Y^3 Methoxy, Y^1 und Y^2

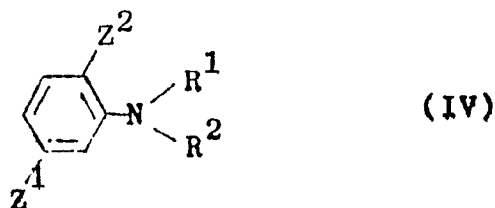
beide Methyl oder Chlor, Y^4 Wasserstoff bedeuten und solche, in denen Y^1 Alkanoylamino mit 1 bis 3 C-Atomen, Y^2 und Y^4 Wasserstoff und Y^3 Wasserstoff oder Chlor bedeuten.

- Besonders bevorzugt sind solche erfindungsgemäße Farbstoffe
- 5 der Formel I, in denen obengenannte bevorzugte Merkmale kombiniert sind, insbesondere solche, in denen X^1 , X^2 , Y^2 und Y^4 Wasserstoff, Y^1 und Y^3 Methoxy, Methyl oder Chlor bedeuten, ferner solche, in denen X^1 , Y^2 und Y^4 Wasserstoff, X^2 Methyl und Y^1 und Y^3 Methoxy bedeuten,
- 10 solche, in denen X^2 , Y^2 und Y^4 Wasserstoff, X^1 Nitro, Y^1 Acetylamin und Y^3 Chlor bedeuten und schließlich solche, in denen X^1/X^2 die Kombination H/H; CH_3/H ; CN/H ; NO_2/H ; Cl/Cl und Br/Br ist und $Y^1/Y^2/Y^3/Y^4$ eine der folgenden Kombinationen ist: $OCH_3/H/OCH_3/H$; $CH_3/H/OCH_3/H$;
- 15 $Cl/H/OCH_3/H$; $CH_3/H/CH_3/H$, $Cl/H/Cl/H$.

Die erfindungsgemäßen Farbstoffe der Formel I werden in an sich bekannter Weise hergestellt, indem man eine Aminoazoverbindung der Formel III



- 20 in an sich bekannter Weise diazotiert und die erhaltene Diazoniumverbindung auf ein Anilinderivat der Formel IV

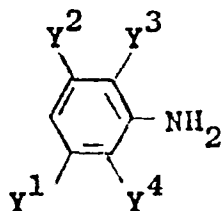


gekuppelt wird.

- 25 Die Diazotierung der Aminoazobenzole der Formel III geschieht in an sich bekannter Weise durch Einwirkung von salpetriger Säure oder salpetrige Säure abspaltenden Verbindungen. Beispielsweise können die Aminoazobenzole in

Schwefelsäure, Salzsäure oder in niederen aliphatischen
 Karbonsäuren, wie z.B. Essigsäure oder Propionsäure, gelöst
 werden und bei 0 bis 60°C durch Zusatz von Nitrosylschwefel-
 säure bzw. Natriumnitrit diazotiert werden. Die Kupplung
 5 wird im sauren wäßrigen Medium bzw. in einer Mischung aus
 Wasser und einem in Wasser wenig löslichen Alkohol, wie
 n- oder i-Butanol, bei Temperaturen von 0 bis 30°C ausge-
 führt. Bevorzugt wird hierbei der Temperaturbereich von 0
 bis 5°C. Zur Vervollständigung der Kupplungsreaktion kann
 10 es zweckmäßig sein, den pH-Wert des Kupplungssatzes gegen
 Ende der Reaktion durch Zusatz von Alkalien, wie z.B. von
 Natriumacetat auf einen Wert von 3 bis 6 zu puffern.
 Es kann im Hinblick auf die Formierung der Dispersionsfarb-
 stoffe oder hinsichtlich ihrer Farbausbeute von Vorteil sein,
 15 ein Gemisch von zwei oder mehreren Aminoazoverbindungen der
 Formel III zu diazotieren und mit einem oder mehreren Anilin-
 derivaten der Formel IV zu kuppeln oder eine diazotierte
 Aminoazoverbindung der Formel III mit zwei oder mehreren
 Anilinderivaten der Formel IV zu kuppeln oder zwei oder meh-
 20 rere auf getrenntem Wege dargestellte Einzelfarbstoffe zu
 mischen.

Eine besonders vorteilhafte Ausführungsform der Herstellung
 der Farbstoffe der Formel I besteht darin, als Aminoazover-
 bindung der Formel III das Rohprodukt derselben einzusetzen,
 25 d.h. ohne Zwischenisolierung der Aminoazoverbindung zu
 arbeiten. In diesem Fall wird ein aromatisches Amin der
 allgemeinen Formel $A-NH_2$ in üblicher Weise diazotiert und
 auf ein aromatisches Amin der Formel V



(V)

30 gekuppelt wobei die Reaktionsbedingungen von Diazotierung
 und Kupplung den oben angegebenen an sich bekannten entspre-
 chen. Nach Beendigung der Kupplungsreaktion wird die erhal-
 tene Reaktionsmischung erforderlichenfalls wieder stärker

angesäuert, so daß erneut die Diazotierungsbedingungen hergestellt werden und dann wie mit einer Lösung der reinen Aminoazoverbindung der Formel III in oben beschriebener Weise weitergearbeitet. Bei dieser als Eintopfverfahren zu 5 bezeichnenden Arbeitsweise werden alle Aufwendungen und Verluste, die mit der Isolierung der Aminoazoverbindung III verbunden sind, vermieden.

Für die Herstellung der erfindungsgemäßen Farbstoffe sind Aminoazokomponenten der Formel III sehr wertvoll, bei denen 10 X^1 und X^2 in folgender Kombination

X^1/X^2 H/H; CH_3/H ; Cl/H; Br/H; Cl/ CH_3 ; Br/ CH_3 ; NO_2/H ; $C\equiv N/H$; Cl/Br; Cl/Cl; Br/Br; NO_2/Cl ; $C\equiv N/Cl$; NO_2/Br ; $C\equiv N/Br$ vorliegen und wobei jeweils die Reste Y^1 , Y^2 , Y^3 und Y^4 in folgender Kombination 15 $Y^1/Y^2/Y^3/Y^4$ enthalten sind: $OCH_3/H/OCH_3/H$; $CH_3/H/OCH_3/H$; $CH_3/H/CH_3/H$; Cl/H/ OCH_3/H ; Cl/H/ CH_3/H ; Cl/H/Cl/H; $NH-COCH_3/H/CH_3/H$; $NH-COCH_3/H/H/H$; $NH-COCH_3/H/Cl/H$; $H/H/Cl/Cl$; $H/H/CH_3/CH_3$; $CH_3/CH_3/OCH_3/H$; $CH_3/H/Cl/H$; Cl/ $CH_3/OCH_3/H$; Cl/Cl/ OCH_3/H ; wobei besonders diejenigen, 20 in denen $X^1/X^2 = H/H$; CH_3/H ; CN/H ; Cl/Cl; Br/Br oder NO_2/H ist, bevorzugt sind.

Besonders wertvoll und bevorzugt sind die Kombinationen $X^1/X^2/Y^1/Y^2/Y^3/Y^4$

$H/H/CH_3/H/OCH_3/H$; $H/H/Cl/H/OCH_3/H$; $H/H/CH_3/H/CH_3/H$; 25 $H/H/Cl/H/CH_3/H$; $NO_2/H/-NHCOCH_3/H/H/H$; $H/H/OCH_3/H/OCH_3/H$; $NO_2/H/-NHCOCH_3/H/Cl/H$; $CH_3/H/OCH_3/H/OCH_3/H$.

Für die Herstellung der erfindungsgemäßen Farbstoffe sind Anilinderivate der Formel IV

als Kupplungskomponenten sehr wertvoll, bei denen Z^1 und Z^2 in den Kombinationen Z^1/Z^2 :

- H/H; CH_3/H ; $\text{C}_2\text{H}_5/\text{H}$; $(n)\text{C}_3\text{H}_7/\text{H}$; $(i)\text{C}_3\text{H}_7/\text{H}$; $\text{C}_3\text{H}_7\text{O}/\text{H}$;
 $\text{CH}_3\text{O}/\text{H}$; $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}/\text{H}$; Formyl-, Acetyl- oder Propionylamino/H;
 5 Cl/H; Br/H; Methyl-, Äthyl- oder Propylaminocarbonyl-
 amino/H; H/ CH_3 oder C_2H_5 ; CH_3 , C_2H_5 , $(n)\text{C}_3\text{H}_7$ oder $(i)\text{C}_3\text{H}_7$ /
 CH_3 oder C_2H_5 ; CH_3O , $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$, $(n)\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$ oder $(i)\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$ /
 CH_3 oder C_2H_5 ; Formyl-, Acetyl- oder Propionylamino/ CH_3 , C_2H_5
 oder Cl; Cl oder Br/ CH_3 oder C_2H_5 ; Methyl-, Äthyl- oder
 10 Propylaminocarbonylamino/ CH_3 oder C_2H_5 ; H/ CH_3O oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$;
 CH_3 , C_2H_5 , $(n)\text{C}_3\text{H}_7$ oder $(i)\text{C}_3\text{H}_7$ / CH_3O oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$; CH_3O ,
 $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$, $(n)\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$ oder $(i)\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$ / CH_3O oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$; Formyl-,
 Acetyl- oder Propionylamino/ CH_3O oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$; Cl oder Br/
 CH_3O oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$; Methyl-, Äthyl- oder Propylaminocarbonyl-
 15 amino/ CH_3O oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$; vorliegen, wobei jeweils der Substi-
 tuent R^1 die folgenden Bedeutungen hat: Methoxyäthyl,
 Äthoxyäthyl, Propoxyäthyl, Isopropoxyäthyl, Phenoxyäthyl,
 Acetoxyäthyl, Propionyloxyäthyl, Butyryloxyäthyl, Isobuty-
 ryloxyäthyl, Methylaminocarbonyloxyäthyl, Äthylaminocar-
 20 bonyloxyäthyl, Propylaminocarbonyloxyäthyl, Isopropylami-
 nocarbonyloxyäthyl, Butylaminocarbonyloxyäthyl, Isobutyl-
 aminocarbonyloxyäthyl, sec. Butylaminocarbonyloxyäthyl,
 tert. Butylaminocarbonyloxyäthyl, Hydroxyäthoxy-äthyl,
 Methoxyäthoxy-äthyl, Phenoxyäthoxy-äthyl, Methoxycarbo-
 25 nyläthyl, Äthoxycarbonyläthyl, Propoxycarbonyläthyl,
 Isopropoxycarbonyläthyl, Butoxycarbonyläthyl, Isobutoxy-
 carbonyläthyl, sec. Butoxycarbonyläthyl, tert. Butoxycar-
 bonyläthyl, Dimethylaminoäthyl, Diäthylaminoäthyl,
 Methyl-äthylamino-äthyl, Methyl-propyl-amino-äthyl,
 30 1,2-Di(Methoxycarbonyl)-äthyl, 1,2-Di(Äthoxycarbonyl)-
 äthyl, 1,2-Di(Propoxycarbonyl)-äthyl, 1,2-Di(Butoxy-
 carbonyl)-äthyl, 1,3-Di(Methoxycarbonyl)-propyl-(1),
 1,3-Di(Äthoxycarbonyl)-propyl-(1), 2,3-Di(Methoxy-
 carbonyl)-propyl-(1), 2,3-Di(Äthoxycarbonyl)-propyl-(1),
 35 1,4-Di(Methoxycarbonyl)-butyl-(1), 1,4-Di(Äthoxycar-
 bonyl)-butyl-(1) und unabhängig von der Bedeutung von
 Z und R^1 für R^2 folgende Reste stehen können:
 Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, (n) Butyl,

Isobutyl, sec. Butyl, tert. Butyl, Allyl, Methallyl, Crotyl, Hydroxyäthoxy-äthyl, Methoxyäthoxy-äthyl, Phenoxyäthoxy-äthyl, Phenäthyl, Phenoxyäthyl.

Die erfindungsgemäßen Farbstoffe eignen sich insbesondere
5 zum Färben und Bedrucken von Materialien aus hydrophoben Fasern oder Folien aus beispielsweise Cellulose-2 1/2 -acetat, Cellulosetriacetat und insbesondere Polyestermaterialien, z.B. Polyäthylenglykolterephthalat oder analogen Polymeren. Sie liefern hierauf nach den üblichen Färb-
10 und Druckverfahren farbstarke gelbe bis orangene Färbungen und Drucke mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

Die Fasermaterialien können in allen Verarbeitungszuständen vorliegen, wie z. B. Kabel, Kammzug, Fäden, Garne, Stränge, Spulen, Muffs, Gewebe, Gewirke oder gebundene oder nicht
15 gebundene "Non Wovens".

Die Folien können als solche vorliegen oder in einem beliebigen Stadium der Weiterverarbeitung z. B. als geschnittene glatte oder verdrehte Streifen und daraus hergestellte Erzeugnisse.



Die Materialien aus hochmolekularen Polyestern können auch in Mischung mit anderen Materialien, wie z. B. natürlichen Fasern vorliegen. Derartige natürliche Fasern sind z. B. Eiweißfasern, wie Seide oder Wolle und insbesondere natürliche oder regenerierte Zellulosefasern, vorzugsweise Baumwolle.

Das Färben des genannten Fasergutes mit den erfindungsgemäßen Farbstoffen erfolgt zweckmäßig aus wäßriger Suspension in Gegenwart von Carriern zwischen etwa 80 bis 100°C, in Abwesenheit von Carriern zwischen etwa 110 bis 140°C sowie nach dem sogenannten Thermofixierverfahren bei etwa 180 bis 230°C. Das Bedrucken der genannten Materialien kann so durchgeführt werden, daß die mit den neuen Farbstoffen bedruckte Ware in Gegenwart eines Carriers bei Temperaturen zwischen etwa 80 bis 110°C oder auch in Abwesenheit eines Carriers bei etwa 110 bis 140°C gedämpft oder auch nach dem sogenannten Thermofixierverfahren bei etwa 180 bis 230°C behandelt wird.

Die erfindungsgemäßen Farbstoffe eignen sich auch zum Färben der vorstehend aufgeführten hydrophoben Materialien aus organischen Lösungsmitteln und zum Färben in der Masse.

Die Farbstoffe der Formel I sind in Wasser unlöslich. Zur einfachen Herstellung der zum Färben eingesetzten wäßrigen Suspensionen werden die Farbstoffe daher zweckmäßigerweise in Form von Zubereitungen benutzt, in denen sie in feiner Verteilung mit Teilchengrößen von 0,1 bis 10 μ , vorzugsweise von 0,5 bis 2 μ vorliegen.

Die Zubereitungen werden erhalten, indem man die Farbstoffe zusammen mit Flüssigkeiten, vorzugsweise mit Wasser, gegebenenfalls in Gegenwart bekannter Dispergiermittel bis auf die gewünschte Teilchengröße zerkleinert.

Neben dem sehr guten Aufbauvermögen und sehr großer Farbstärke besitzen die erfindungsgemäßen Farbstoffe eine sehr gute Licht- und Thermofixierechtheit und eine hohe pH-Beständigkeit, ferner auch sehr gute Echtheitseigenschaften

bei der Wäsche 95°C, gegenüber Peroxiden, Schweiß sauer und insbesondere alkalisch, Stickoxiden, Abgasen, Alkali, bei der Sodakochechtheit, bei der Hypochlorit-Bleichechtheit bei schwerer Beanspruchung, bei der Reibechtheit und bei der

5 Koratronochtheit.

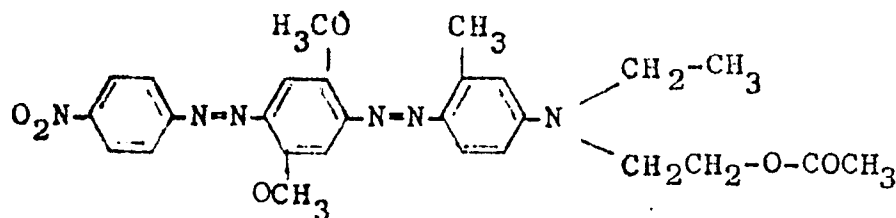
Beispiel 1

a) 30,2 g 2,5-Dimethoxy-4-amino-4'-nitroazobenzol werden in 1000 ml Wasser und 30 ml konz. Salzsäure durch Zugabe von 9,7 g Natriumnitrit innerhalb 1 Stunde bei 40

10 bis 50°C diazotiert und bei 0 - 5°C eingetragen in eine Mischung aus 23,2 g N-(2-Acetoxyäthyl)-N-äthyl-m-toluidin, 300 ml Butanol und 30 g wasserfreiem Natriumacetat. Der Ansatz wird über Nacht durchgerührt und der entstandene Farbstoff abgesaugt, mit heißem Butanol und Wasser

15 ausgewaschen und getrocknet. Sofern eine Reinigung erwünscht ist, kann diese durch Umkristallisieren aus n-Butanol erfolgen. Er stellt ein schwärzliches Pulver dar, daß sich mit blau-violetter Farbe in konzentrierter Schwefelsäure löst und bei 168°C schmilzt.

20 b) 1,0 g des im Abschnitt a) hergestellten Farbstoffs der Formel



wird in feindispersierter Form in 2000 g Wasser eingerührt. Es wird mit Essigsäure auf einen pH-Wert von 5 - 6 eingestellt und mit 4,0 g Ammoniumsulfat und 2,0 g eines

25 handelsüblichen Dispergiermittels auf Basis eines Naphthalinsulfonsäure-Formaldehyd-Kondensats versetzt.

In die so erhaltene Färbeflotte bringt man 100 g eines Polyesterwebes auf Basis von Polyäthylenglykolteterephthalat ein und färbt 1 Stunde bei 130°C.

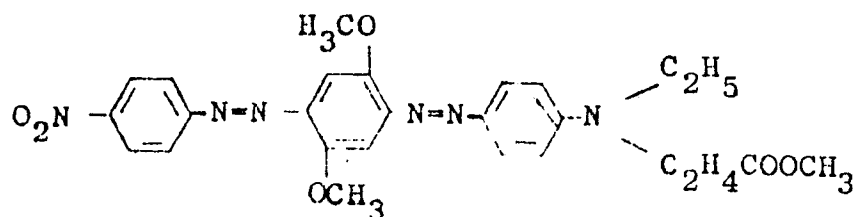
Nach anschließendem Spülen, reduktiver Nachbehandlung mit
5 einer 0,2%igen alkalischen Natriumdithionitlösung während 15 Minuten bei 70-80°C, Spülen und Trocknen, erhält man eine farbstarke blauviolette Färbung mit sehr guten coloristischen Eigenschaften, insbesondere einer sehr guten Licht- und Thermofixierbarkeit.

10 Der in diesem Beispiel verwendete Farbstoff wurde wie folgt hergestellt:

Beispiel 2

a) 30,2 g 2,5-Dimethoxy-4-amino-4'-nitroazobenzol werden in
300 ml Eisessig durch Zugabe von 7,7g Natriumnitrit un-
15 ter äußerer Kühlung bei 15°C diazotiert und bei 20 - 25°C
eingetragen in eine Mischung aus 21,7 g N-(2-Methoxycar-
bonyläthyl)-N-äthylanilin, 300 ml Eisessig und 40 g was-
serfreiem Natriumacetat. Nach einstündigem Nachrühren
20 wird der entstandene Farbstoff abgesaugt, mit Wasser
ausgewaschen und getrocknet. Sofern eine Reinigung er-
wünscht ist, kann diese durch Umkristallisieren aus n.Bu-
tanol erfolgen. Er stellt ein schwärzliches Pulver dar,
das sich mit blau-violetter Farbe in konzentrierter Schwe-
felsäure löst und bei 165°C schmilzt.

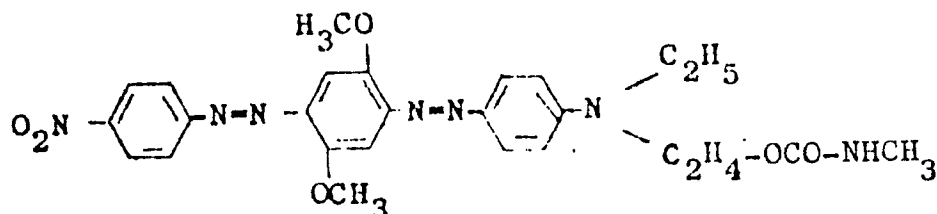
25 b) Ein Gewebe aus Polyäthylenglykolteterephthalat wird auf
dem Foulard bei 30°C mit einer Flotte geklotzt, die 30,0
g des in Abschnitt a) hergestellten und in feine Ver-
teilung gebrachten Farbstoffs der Formel



- 1,0 g Polyacrylamid vom K-Wert 120 und 0,5 g eines Polyglykoläthers des Oleylalkohols und 968,5 g Wasser enthält. Nach dem Trocknen wird 60 Sekunden bei 210°C im Thermofixierrahmen fixiert. Nach anschließendem Spülen und Fertigstellung, wie im Beispiel 1, Absatz 3, beschrieben, erhält man eine farbstarke blaugraue Färbung von sehr guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 3

- 10 a) In Analogie zur Arbeitsweise der Beispiele 1 und 2, jedoch unter Verwendung von 22,4 g N-(2-Methylaminocarboxyloxyäthyl)-N-äthylanilin als Kupplungskomponente läßt sich der Farbstoff der Formel

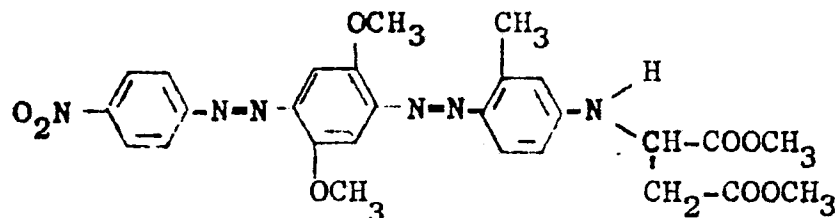


- 15 herstellen. Er stellt ebenfalls ein schwärzliches Pulver dar, das sich mit blauvioletter Farbe in konzentrierter Schwefelsäure löst und bei 176°C schmilzt.

- 20 b) 30,0 g des im Abschnitt a) hergestellten Farbstoffs werden in feiner Verteilung einer Druckpaste, die 45,0 g Johannisbrotkernmehl, 6,0 g 3-nitrobenzol-sulfonsaures Natrium und 3,0 g Zitronensäure auf 1000 g enthält, einverleibt. Mit dieser Druckpaste erhält man auf einem Polyestergerewebe nach dem Bedrucken, Trocknen und Fixieren
- 25 im Thermofixierrahmen während 45 Sekunden bei 215°C, Spülen und Fertigstellung, wie im Beispiel 1, Absatz 3, beschrieben, einen farbstarken blauvioletten Druck von sehr guten coloristischen Eigenschaften, insbesondere einer sehr guten Licht- und Thermofixierechtheit.

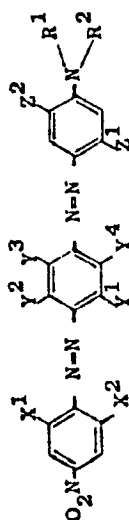
Beispiel 4

- a) Das in Beispiel 1 erhaltene Diazoniumsalz wird durch Zugabe von Zinkchlorid und Natriumchlorid als Zink-Doppelsalz ausgefällt und bei 0 - 5°C in eine Mischung aus 26,4 g N-(1,2-Dimethoxycarbonyl)-ethyl-m-toluidin, 400 ml Wasser, 200 ml Butanol und 40 g wasserfreiem Natriumacetat eingetragen. Die Reaktionstemperatur wird dabei bei 0 bis 5°C gehalten. Der Ansatz wird zur Vervollständigung der Kupplung über Nacht gerührt und der entstandene Farbstoff abgesaugt, mit Butanol und Wasser gewaschen und getrocknet. Zweckmäßigerweise wird er aus n-Butanol umkristallisiert. Er stellt ein schwärzliches Pulver dar, das sich mit blauvioletter Farbe in konzentrierter Schwefelsäure löst und bei 184°C schmilzt.
- b) 100 g Polyestermaterial werden 30 Minuten bei 121°C in 1500 g Tetrachloräthylen behandelt, in denen 2,0 g des gemäß Abschnitt a) hergestellten Farbstoffs der Formel



- gelöst sind. Man spült mit warmem und kaltem Tetrachlor-äthylen und erhält eine kräftige blaugraue Färbung von sehr guten coloristischen Eigenschaften.

In der folgende Tabelle sind weitere erfindungsgemäße Farbstoffe aufgeführt, die in Analogie zu den Ausführungsbeispielen 1 bis 4, Abschnitte a), hergestellt und gemäß den Abschnitten b) appliziert werden können. Auch diese Farbstoffe liefern hervorragend farbstarke, licht- und trockenhitze-fixierbare Färbungen und Drucke.



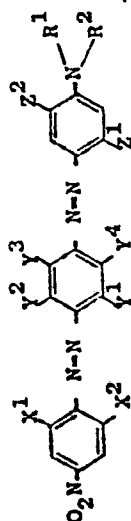
	X ¹	X ²	Y ¹	Y ²	Y ³	Y ⁴	Z ¹	Z ²	R ¹	R ²	Nuance auf Polyester
1.	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	rotviolett
2.	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	NHCOCH ₃	H	(CH ₂) ₂ N(C ₂ H ₅) ₂	H	rotviolett
3.	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	rotviolett
4.	H	H	Cl	H	OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ OCOC ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OCOC ₂ H ₅	rotstichig marine
5.	H	H	Cl	H	OCH ₃	H	Cl	H	CH(COOC ₄ H ₉)CH ₂ (COOC ₄ H ₉)	H	rotstichig marine
6.	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	NHCONHC ₂ H ₅	H	(CH ₂) ₂ OCOC ₄ H ₉	C ₂ H ₅	rotviolett
7.	H	H	H	H	Cl	CH ₃	H	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	H	rotbraun
8.	H	H	Cl	H	Cl	H	H	H	(CH ₂) ₂ OCOC ₃ H ₇	C ₃ H ₇	rotstichig marine
9.	H	H	CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	OCH ₃	OCH ₃	(CH ₂) ₂ OCOC ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OCOC ₂ H ₅	braun
10.	NO ₂	H	Acetyl-amino	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	grün
11.	CH ₃	H	Cl	H	OCH ₃	H	Br	H	(CH ₂) ₂ COO-1-C ₄ H ₉	CH ₃	rotstichig marine
12.	CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ N(CH ₃)C ₃ H ₇	1-C ₃ H ₇	rotstichig marine
13.	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	H	NHCOC ₂ H ₅	OCH ₃	(CH ₂) ₂ OCOC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ OCOC ₃ H ₇	rotviolett
14.	Cl	H	Cl	H	OCH ₃	H	CH ₃	H	(CH ₂) ₂ OCOC ₄ H ₉	(CH ₂) ₂ OCOC ₄ H ₉	rotstichig marine
15.	Cl	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	Cl	H	(CH ₂) ₂ OCOC ₃ H ₇	CH ₃	rotstichig marine
16.	Cl	H	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	rotviolett
17.	Cl	Cl	CH ₃	H	OCH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	C ₄ H ₉	braun
18.	Cl	Cl	CH ₃	H	CH ₃	H	NHCOCH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	CH ₂ C(CH ₃)CH ₂	braun
19.	Cl	Cl	CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ OCOC(CH ₃) ₂	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	braun

5

10

15

20



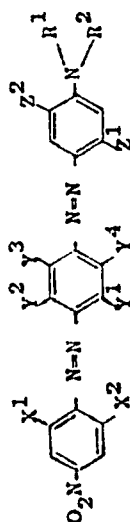
	X ¹	X ²	Y ¹	Y ²	Y ³	Y ⁴	Z ¹	Z ²	R ¹	R ²	Nuance auf Polyester
20.	Br	Br	CH ₃	H	CH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ COOC ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ COOC ₂ H ₅	braun
21.	Br	Br	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ COONHC ₄ H ₉	CH ₂ CH=CHCH ₃	braun
22.	Cl	Cl	Cl	H	OCH ₃	H	CH ₃	H	(CH ₂) ₂ N(CH ₃) ₂	C(CH ₃) ₃	braun
23.	CN	H	CH ₃	H	CH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ CONHCH ₂ CH(CH ₃) ₂	(CH ₂) ₂ CONHCH ₂ CH(CH ₃) ₂	rotstichig marine
24.	CN	H	CH ₃	H	CH ₃	H	NHCOC ₃ H ₇	H	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	marine
25.	CN	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	OCH ₃	CH(COOC ₂ H ₅) ₂	H	marine
26.	CN	H	Cl	H	OCH ₃	H	NHCOCH ₃	OCH ₃	CH(COOC ₂ H ₅)CH ₂ (COOC ₂ H ₅)	H	marine
27.	CN	H	Cl	H	Cl	H	H	CH ₃	(CH ₂) ₂ O-1-C ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	marine
28.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	H	H	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	grün
29.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	H	H	CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	grün
30.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	H	H	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	grün
31.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	Cl	H	H	H	CH ₃	CH ₃	grün
32.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	Cl	H	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	grün
33.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	Cl	H	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	grün
34.	NO ₂	H	NHCOCH ₃	H	Cl	H	CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	grün
35.	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	rotstichig marine
36.	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	H	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	C(CH ₃) ₂ C ₂ H ₅	rotstichig marine
37.	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ CONHCH ₃	(CH ₂) ₂ CONHCH ₃	rotstichig marine
38.	CN	H	NHCOCH ₃	H	H	H	H	H	CH ₂ -CH ₂ -COOC ₄ H ₉	CH ₂ -CH ₂ -OH	braun
39.	Br	Br	CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ OC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ OC ₆ H ₅	braun

5

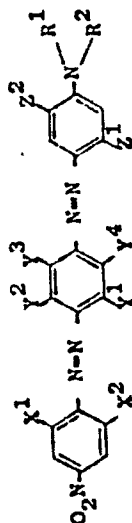
10

15

20



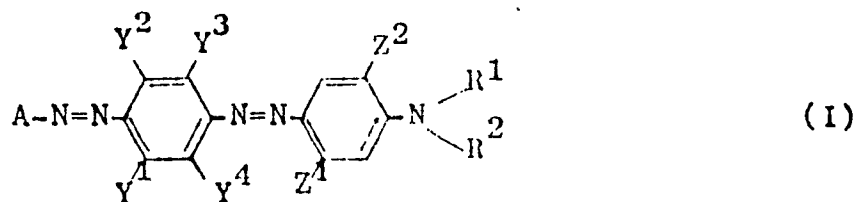
	X ¹	X ²	Y ¹	Y ²	Y ³	Y ⁴	Z ¹	Z ²	R ¹	R ²	Nuance auf Polyester
40.	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ COOC H(CH ₃)C ₂ H ₅	H	rotviolett
41.	CH ₃	H	H	H	CH ₃	CH ₃	NHCOC ₂ H ₅	H	(CH ₂) ₂ COOC ₂ H ₅	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	rotviolett
42.	CH ₃	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	rotstichig marine
43.	Cl	H	Cl	H	Cl	H	H	H	(CH ₂) ₂ OCH(CH ₃) ₂	H	rotstichig marine
44.	Cl	Cl	Cl	H	CH ₃	H	CH ₃	H	(CH ₂) ₂ OCNHCH ₂ CH(CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	braun
45.	H	H	Cl	H	OCH ₃	H	Cl	OCH ₃	CH(COOCH ₃)CH ₂ (COOCH ₃)	H	marine
46.	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	Br	H	(CH ₂) ₂ COOCH ₃	(CH ₂) ₂ COOCH ₃	marine
47.	Cl	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ OCNHCH(CH ₃)C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	marine
48.	Cl	Br	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OCH ₃	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OCH ₃	braun
49.	CN	H	H	H	Cl	CH ₃	NHCOC ₂ H ₅	OCH ₃	(CH ₂) ₂ COOCH ₃	H	rotbraun
50.	Cl	Cl	CH ₃	H	OCH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ N(CH ₃)C ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ N(CH ₃)C ₃ H ₇	braun
51.	CN	H	NHCOC ₂ H ₅	H	H	H	H	H	CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O-COCH ₃	CH ₂ -CH ₂ -O-CO-CH ₃	braun
52.	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	H	CH(COOCH ₃) ₂	H	rotviolett
53.	H	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	CH ₃	OCH ₃	(CH ₂) ₂ COOC(CH ₃) ₂	H	rotviolett
54.	Cl	H	CH ₃	H	OCH ₃	H	H	H	CH(COOCH ₃) ₂	H	rotviolett
55.	CH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	OCH ₃	H	CH(COOCH ₃)CH ₂ CH(COOCH ₃)	H	rotstichig marine
56.	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ CH(COOCH ₃)CH ₂ (COOCH ₃)	CH ₃	rotbraun
57.	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	NHCOC ₂ H ₅	OCH ₃	(CH ₂) ₂ OCOC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	rotviolett
58.	NO ₂	H	NHCOC ₂ H ₅	H	CH ₃	H	H	H	CH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	CH ₂ -CH ₂ -O-CO-CH ₃	braun
59.	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃	H	(CH ₂) ₂ OCOH	CH ₂ CH=CHCH ₃	rotbraun



	X ¹	X ²	Y ¹	Y ²	Y ³	Y ⁴	Z ¹	Z ²	R ¹	R ²	Nuance auf Polyester
60	CH ₃	H	Cl	H	OCH ₃	H	H	H	(CH ₂) ₂ CONHC(CH ₃) ₃	CH ₃	rotviolett
61	Cl	H	Cl	H	CH ₃	H	Cl	CH ₃	(CH ₂) ₂ COO-1-C ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ COO-1-C ₃ H ₇	rotbraun
62	H	H	H	H	Cl	Cl	H	H	CH(COOC ₃ H ₇)CH ₂ (COOC ₃ H ₇)	CH ₂ CH=CH ₂	rotbraun
63	CN	H	H	H	Cl	Cl	H	H	CH(COOC ₃ H ₇)(CH ₂) ₃ (COOC ₃ H ₇)	H	rotviolett
64	Cl	Cl	Cl	Cl	OCH ₃	H	OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ N(CH ₃)C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ C ₆ H ₅	braun
65	CN	H	Cl	Cl	OCH ₃	H	NHCOCH ₃	H	CH ₂ CHOHCH ₂ OH	C ₂ H ₅	braun

Patentansprüche

1. Wasserunlösliche Disazofarbstoffe der Formel I



worin A einen Phenylrest der Formel II

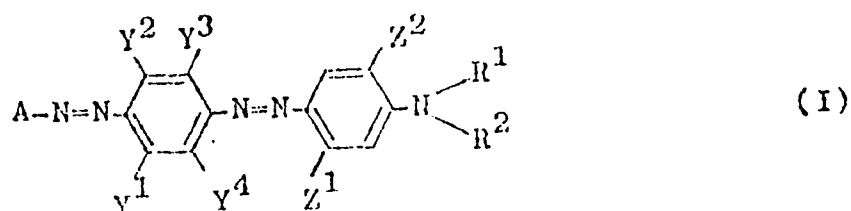


worin X¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom, Nitro oder Cyan; X² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor oder Brom bedeuten; Y¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y³ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor; Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen oder Chlor bedeuten, wobei mindestens einer und höchstens drei der Substituenten Y¹ bis Y⁴ Wasserstoff sind und, sofern X¹ eine Nitro- oder Cyangruppe ist und Y² und Y⁴ beide für Wasserstoff stehen, Y¹ auch noch Alkanoylamino mit insgesamt 1 bis 3 C-Atomen im Alkanoylrest bedeutet; Z¹ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen, Alkanoylamino mit insgesamt 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom oder Alkylaminocarbonylamino mit 1 bis 3 C-Atomen im Alkylrest; Z² Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen, Chlor, Brom oder Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen; R¹ Dihydroxypropyl, Dihydroxybutyl oder eine durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkanoyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkylaminocarbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe, Hydroxyäthoxy, Alkoxyäthoxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe, Phenoxyäthoxy, Alkoxycarbonyl mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe oder Dialkylamino mit insgesamt 2 - 4 C-Atomen in den Alkylgruppen oder durch 2 Alkoxycarbonylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe substituierte Alkylgruppe mit 1 bis 4

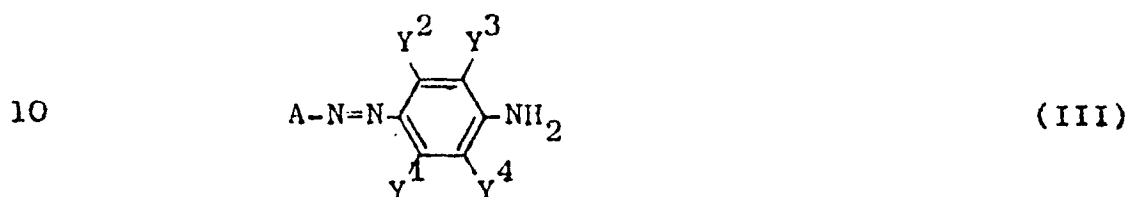
- C-Atomen; R^2 Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, Alkenyl mit 3 oder 4 C-Atomen oder eine durch Hydroxyäthoxy, Alkoxyäthoxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe, Phenoxyäthoxy, Phenoxy, Phenyl, Alkylaminocarbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe oder Alkoxy-carbonyl mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe substituierte Äthylgruppe bedeuten.
2. Disazofarbstoffe gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß für X^1 , X^2 , Y^1 , Y^2 , Y^3 und Y^4 stehende Alkylgruppen Methylgruppen und für Y^1 und Y^3 stehende Alkoxygruppen Methoxygruppen sind.
3. Disazofarbstoffe gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Y^1 und Y^3 Methoxy, Methyl oder Chlor, Y^2 und Y^4 Wasserstoff bedeuten.
4. Disazofarbstoffe gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Y^1 und Y^2 Wasserstoff sind und Y^3 und Y^4 Methyl oder Chlor sind.
5. Disazofarbstoffe gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Y^3 Methoxy und Y^1 und Y^2 beide Methyl oder Chlor und Y^4 Wasserstoff bedeuten.
6. Disazofarbstoffe gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Y^1 Alkanoylamino mit 1 bis 3 C-Atomen, Y^2 und Y^4 Wasserstoff und Y^3 Wasserstoff oder Chlor bedeuten.
7. Disazofarbstoffe gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß R^1 eine durch Alkanoyloxy mit insgesamt 1 bis 4 C-Atomen, Alkylaminocarbonyloxy mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe, Alkoxy-carbonyl mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkoxygruppe, β -Hydroxyäthoxy oder β -Phenoxy substituierte Äthylgruppe und R^2 Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen bedeuten.
8. Disazofarbstoffe gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch

gekennzeichnet, daß R^1 eine durch 2 Alkoxycarbonylgruppen mit je 1 bis 4 C-Atomen in den Alkoxygruppen substituierte Methyl- oder Äthylgruppe und R^2 Wasserstoff bedeutet.

9. Verfahren zur Herstellung von wasserunlöslichen Disazofarbstoffen der Formel I



worin A, Y^1 , Y^2 , Y^3 , Y^4 , Z^1 , Z^2 , R^1 und R^2 die obengenannten Bedeutungen haben, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aminoazoverbindung der Formel III

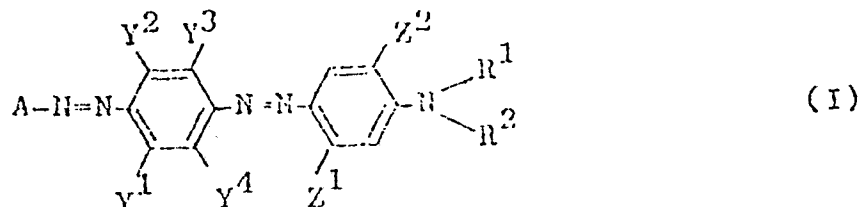


im wäßrigen Medium in an sich bekannter Weise diazotiert und die erhaltene Diazoniumverbindung auf ein Anilinderivat der Formel IV



- 15 gekuppelt wird.

10. Verfahren zur Herstellung von wasserunlöslichen Disazofarbstoffen der Formel I



- 5 worin A, Y¹, Y², Y³, Y⁴, Z¹, Z² und R² die in den Ansprüchen 1 - 8 genannten Bedeutungen haben und R¹ ein Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen ist, der durch einen Alkanoyloxyrest mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert ist, dadurch gekennzeichnet, daß ein Disazofarbstoff der Formel I, worin A, Y¹, Y², Y³, Y⁴, Z¹, Z² und R² die obengenannten Bedeutungen haben und R¹ ein Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen ist, mit einem funktionellen Derivat einer Alkancarbonsäure mit insgesamt 1 bis 4 C-Atomen kondensiert wird.
- 10

11. Verwendung von wasserunlöslichen Disazofarbstoffen der Formel I gemäß den Ansprüchen 1 bis 8 zum Färben und Bedrucken von Materialien aus hochmolekularen Polyestern, insbesondere solchen auf Basis von Polyäthylenglykolterephthalaten oder Mischungen dieser Materialien, natürlichen Materialien oder aus Zellulosetriacetat.
- 15



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0009191
Nummer der Anmeldung

EP 79 10 3356

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	US - A - 2 359 305 (DICKY McNALLY) * Seite 1, linke Spalte, Zeilen 6-29; Seite 3, Beispiel 10 *	1,9,11	C 09 B 31/04 43/18 C 07 C 107/00 D 06 P 3/48 3/54
	--		
X	GB - A - 425 307 (I.G. FARBEN) * Seite 1, Zeilen 34-39, 41-44, 54 *	1,9,11	
	--		
A	US - A - 2 386 599 (DICKY McNALLY) * Seite 1, linke Spalte, Zeile 41 bis rechte Spalte, Zeile 29; Seite 4, Tabelle, Beispiel 26 *	1,9,11	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3) C 09 B 31/00 - 31/04 - 43/18 - 43/20
	--		
A	US - A - 3 667 897 (BLACKWELL, TOJI) * Spalte 4, Zeile 20 bis Spalte 5, Zeile 45; Spalte 6, Zeile 70 *	1,9,11	
	--		
A	FR - A - 757 090 (I.C.I.) * Seite 1, Zeilen 1-14 *	1,9,11	KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	30-10-1979	GREEN	